

В.А. Нелюб, Ю.А. Курганова, А.Б. Титов

Журнал лабораторных работ

**по дисциплине «Физикохимия и технология
производства композиционных материалов»**



Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО
МГТУ им. Н. Э. Баумана
2016

Издание доступно в электронном виде на портале *ebooks.bmstu.ru*
по адресу: <http://ebooks.bmstu.ru/catalog/46/book1395.html>



МИЦ «Композиты России»

Факультеты «Машиностроительные технологии», «Специальное машиностроение»
Кафедры «Материаловедение», «Ракетно-космические композитные конструкции»

*Рекомендовано Редакционно-издательским советом
МГТУ им. Н.Э. Баумана в качестве журнала лабораторных работ*

Нелюб, В. А.

Н49 Журнал лабораторных работ по дисциплине «Физикохимия и технология производства композиционных материалов / В. А. Нелюб, Ю. А. Курганова, А. Б. Титов. — Москва : Издательство МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2016. — 14, [2] с.

ISBN 978-5-7038-4352-9

Лабораторный журнал представляет собой бланки, в которые студент заносит результаты собственных экспериментальных исследований. Лабораторные работы составлены таким образом, что студенты последовательно изучают свойства олигомерных связующих, технологию формования на их основе образцов или изделий из стекло- и углепластиков, а также методы их механических испытаний.

Для студентов, обучающихся по специальностям «Материаловедение и технология новых материалов», «Ракетные комплексы и космонавтика», изучающих основы физикохимии и технологии композиционных материалов.

УДК 678
ББК 35

Учебное издание

**Нелюб Владимир Александрович
Курганова Юлия Анатольевна
Титов Андрей Борисович**

**Журнал лабораторных работ
по дисциплине «Физикохимия и технология
производства композиционных материалов»**

Подписано в печать 20.01.2016. Формат 60×90/8. Усл. печ. л. 2,0. Тираж 100 экз.
Изд. № 101-2016. Заказ №

Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана. 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1.
press@bmstu.ru www.baumanpress.ru

Отпечатано в типографии МГТУ им. Н.Э. Баумана.
baumanprint@gmail.com

ПРЕДИСЛОВИЕ

Полимерные композиционные материалы (ПКМ) нашли широкое применение в различных отраслях техники, в том числе в авиаракетостроении при производстве обтекателей, шпангоутов, топливных баков, систем пневмоавтоматики, наддува, терморегулирования и др. Сочетание технологичности в производстве изделий сложной конфигурации с высокой прочностью, жесткостью и низкой стоимостью готовых ПКМ является основным фактором конкурентоспособности таких материалов. Авиационная промышленность оказывает наибольшее влияние на развитие ПКМ, поскольку ни в одной другой отрасли нет таких высоких требований к материалу по прочности, жесткости, долговечности, теплостойкости и весовой эффективности.

В настоящее время доля ПКМ в денежном выражении составляет 1,5 % общего мирового рынка всех материалов. Судя по стремительным темпам роста производства изделий из ПКМ, можно утверждать, что создание нового класса материалов, называемых композиционными, — одно из крупнейших достижений в области материаловедения за последние несколько десятилетий.

Доля только углепластиков на основе эпоксидных связующих, используемых в конструкциях фюзеляжа и планера современных самолетов, составляет 30...35 %. Они применяются в конструкциях отечественных транспортных (АН-28, АН-72 и др.), спортивных (СУ-29), пассажирских (ИЛ-96-300, ИЛ-114) и военных (СУ-37, МИГ-31) самолетов.

Стекло- и углепластики обладают рядом преимуществ перед всеми другими материалами. Например, для высокомодульных углепластиков предел выносливости достигает 0,5–0,7 от их кратковременной прочности, тогда как для металлов эта характеристика составляет только 0,2–0,3. По параметру удельной прочности углепластики в 2–4 раза превосходят металлы. Углепластики имеют самый низкий коэффициент линейного термического расширения, в результате чего термические напряжения в деталях из углепластиков в 10–20 раз меньше, чем в аналогичных деталях из других материалов. По показателям плотности, модулю упругости, кратковременной прочности при растяжении и сжатии, усталости, ползучести, демпфирующей способности и коррозионной стойкости углепластики при температуре до 250 °С превосходят стали, алюминиевые и титановые сплавы. Углепластики обладают также высокими тепло- и электроизоляционными свойствами.

По оценкам экспертов, в 2020 г. доля применения композитов в авиационной технике составит свыше 60 %, из которых более 30 % будет приходиться на ПКМ.

Из всего множества ПКМ широкое применение получили материалы, изготовленные с использованием стеклянных и углеродных волокон, которые больше известны потребителям как стеклопластики и углепластики. Если в качестве армирующего наполнителя используется ткань, то такие ПКМ называют стеклотекстолитом или просто текстолитом.

Углепластики появились позднее, чем стеклопластики, и достаточно долгое время применялись в ограниченных количествах, что было связано со сложностями производства углеродного волокна, особенно высокомодульного. Появление новых высокопрочных и высокомодульных углеродных волокон, а также новых полимерных связующих, обладающих высокими показателями прочности, удельного удлинения, вязкости разрушения и т. д., позволило применить ПКМ в силовых и особо ответственных конструкциях гражданских лайнеров.

ПКМ, армированные волокнами, характеризуются наиболее высокой прочностью и жесткостью, однако их свойства зависят не только от свойств волокнистого наполнителя и

матрицы, но и от адгезионного взаимодействия на межфазной границе. Для направленного регулирования этих свойств в состав связующего вводятся различные модифицирующие добавки, а поверхность волокнистых наполнителей обрабатывается специальным образом.

Долгое время ПКМ, в которых совместно применяются волокнистые и дисперсные наполнители, не вводились в полимерную матрицу. Эти ПКМ рассматривались учеными как отдельные классы материалов, для которых также по отдельности разрабатывались теоретические методы расчетов и технологии изготовления. Практически так же использовались и связующие, т. е. каждое отдельное связующее применялось для производства материалов ограниченной номенклатуры.

Наиболее распространенным видом связующего в промышленности являются эпоксидные олигомеры, что связано с уникальным комплексом их свойств. Несмотря на то что химия полимеров успешно развивалась и были созданы различные типа модифицированных связующих, например эпоксифенольные и многие другие, достаточно долгое время полимерные смеси, состоящие из термореактивных и термопластичных материалов, в качестве связующих не использовались.

Одно из наиболее важных свойств стекло- и углепластиков — высокое сопротивление распространению трещин — позволяет в новых конструкциях существенно повысить надежность и весовую эффективность, снизить материалоемкость. Научная значимость стекло- и углепластиков обусловлена нелинейностью и синергизмом их свойств, что является следствием их структуры на разных масштабных уровнях — от макро- до нано.

Однако стоимость деталей, изготовленных из ПКМ, намного выше их аналогов, выполненных из металла. Безусловно, немалую долю в стоимости композитной детали составляет стоимость компонентов ПКМ — армирующих наполнителей и связующих. Существенно влияет на стоимость конечного продукта и технология его изготовления.

В настоящее время ведущие зарубежные и отечественные ученые активно ведут исследования, направленные на разработку таких материалов и технологий, которые позволят снизить затраты при изготовлении изделий из ПКМ. К технологиям, обеспечивающим снижение трудоемкости и энергоемкости процесса изготовления детали, относятся прямые методы формования: пропитка под давлением — технология RTM (Resin Transfer Molding), инфузионная пропитка под вакуумом — технология VARTM (Vacuum Infusion), пропитка пленочным связующим — технология RFI (Resin Film Infusion), прессование из препрега — технология SMC (Sheet Molding Compound), прессование или переработка литьем под давлением — технология BMC (Bulk Molding Compound). Данные технологии активно используются за рубежом при производстве различных деталей авиационной техники.

Настоящий лабораторный журнал является первой попыткой объединить в единое целое вопросы, связанные со свойствами связующих, технологией производства на их основе стекло- и углепластиков и оценкой их деформационно-прочностных свойств.

Во время лабораторных работ, выполнение которых предусмотрено учебным планом дисциплины «Физикохимия и технология производства композиционных материалов» в МГТУ им. Н.Э. Баумана, студенты последовательно изучают свойства олигомерных связующих, технологию формования на их основе образцов или изделий из стекло- и углепластиков, а также методы их механических испытаний.

В настоящий журнал необходимо записывать результаты исследований и испытаний, проводимых под руководством преподавателя. После обработки экспериментальных данных студенты объясняют получаемые характеристики, строят графики, делают соответствующие выводы.

Выполнение студентами лабораторных работ позволяет им получить некоторое представление о составе, структуре, свойствах и современных технологиях создания таких современных важнейших полимерных композиционных материалов, как стекло- и углепластики.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

Общие требования охраны труда в лабораториях НОЦ «Композиты России»

К лабораторным работам с эпоксидными смолами допускаются студенты не моложе 18 лет после прохождения ими вводного и первичного инструктажей по технике безопасности, а также проверки знаний требований охраны труда.

Во время работы с эпоксидными смолами студент обязан:

- выполнять только ту работу, которую ему дал преподаватель;
- соблюдать правила внутреннего трудового распорядка;
- правильно применять средства индивидуальной и коллективной защиты;
- соблюдать требования охраны труда;
- немедленно извещать своего непосредственного или вышестоящего руководителя работ о любой ситуации, угрожающей жизни и здоровью людей, о каждом несчастном случае, происшедшем при выполнении работ, или об ухудшении состояния своего здоровья, в том числе о проявлении признаков отравления;
- проходить обучение безопасным методам и приемам выполнения работ и оказанию первой помощи пострадавшим, инструктаж по охране труда, проверку знаний требований охраны труда;
- уметь оказывать первую помощь пострадавшим от электрического тока и при других несчастных случаях;
- уметь применять первичные средства пожаротушения.

При проведении работ с эпоксидными связующими возможно воздействие следующих опасных и вредных производственных факторов:

- повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны;
- повышенная влажность воздуха;
- повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека;
- недостаточная освещенность рабочей зоны;
- появление в зоне работы взрывоопасных, пожароопасных и ядовитых сред;
- наличие токсических веществ.

Студент при работе с эпоксидными смолами обеспечивается спецодеждой и перчатками. В случаях травмирования или недомогания необходимо прекратить работу, известить об этом руководителя работ и обратиться в медицинское учреждение.

Требования охраны труда перед началом работы

1. Одеть положенную по нормам спецодежду и средства индивидуальной защиты. Осмотреть и подготовить рабочее место. Убедиться в том, что в помещении работает вентиляция.

2. Подготовить необходимые для выполнения работ материалы, принадлежности и вспомогательный материал.

3. Убедиться в достаточном количестве материала для обтирки рук и загрязненных тары и инструмента. Смазать руки защитной пастой.

Об обнаруженных нарушениях требований охраны труда студент обязан сообщить преподавателю. Приступать к работе можно после устранения всех недостатков.

Требования охраны труда во время работы

При работе с эпоксидными связующими студент обязан знать особенности и соблюдать правила хранения смол, а также меры безопасности при выполнении технологических операций. Смолы следует хранить в герметично закрытой посуде в темном месте. Во время работы со связующими и их компонентами не допускать попадания их на кожу или в зону дыхания.

Запрещается:

- работать без средств индивидуальной защиты;
- выполнять работы при неисправной или плохо работающей вентиляции;
- принимать пищу в местах проведения работ;
- курить во время работы с эпоксидными смолами и другими компонентами связующего.

Все нестандартные ситуации, возникающие во время выполнения работ, необходимо согласовывать с преподавателем, ответственным за проведение лабораторных работ.

Требования охраны труда в аварийных ситуациях

При возникновении аварий и ситуаций, которые могут привести к авариям и несчастным случаям, следует немедленно прекратить работы и известить руководителя работ. Под его руководством оперативно принять меры по устранению причин, которые могут привести к авариям или несчастным случаям.

При попадании на кожу смолы удалить ее хлопчатобумажным тампоном, затем смыть водой с мылом. При попадании смолы в глаза надо немедленно промыть их сначала большим количеством воды, а затем с помощью ватного тампона — свежеприготовленным физиологическим раствором (водный 1%-ный раствор поваренной соли). После этого обязательно обратиться к врачу.

При возникновении пожара, задымлении:

- немедленно сообщить по телефону 01 в пожарную охрану, оповестить работающих, поставить в известность руководителя работ;
- приступить к тушению пожара первичными средствами пожаротушения, если это не сопряжено с риском для жизни;
- организовать встречу пожарной команды;
- покинуть опасную зону и находиться в зоне эвакуации.

При несчастном случае:

- немедленно организовать первую помощь пострадавшему, сообщить руководителю и в Службу охраны труда;
- при необходимости обеспечить доставку пострадавшего в медицинское учреждение;
- принять неотложные меры по предотвращению развития аварийной или иной чрезвычайной ситуации и воздействия травмирующих факторов на других лиц;
- сохранить до начала расследования несчастного случая обстановку такой, какой она была на момент происшествия, если это не угрожает жизни и здоровью других лиц и не ведет к катастрофе, аварии или возникновению иных чрезвычайных ситуаций. В случае невозможности ее сохранения — зафиксировать сложившуюся обстановку (составить схемы, провести другие мероприятия).

Требования охраны труда по окончании работы

Привести в порядок рабочее место, инструмент и приспособления. Применявшиеся при выполнении работы инструменты, приспособления и материалы сложить в отведенное для хранения место. Обтирочный материал складировать в специально отведенную тару.

Средства индивидуальной защиты снять и убрать в шкаф. Места загрязнения рук компонентами эпоксидного клея необходимо протереть ватным тампоном, смоченным ацетоном, после чего руки вымыть водой с мылом.

ИНСТРУКЦИИ ПО РАБОТЕ С ОБОРУДОВАНИЕМ И ПРИБОРАМИ

Внимание! Запрещается работать с приборами в отсутствие преподавателя.

Работа с вискозиметром марки CAP 2000 фирмы «Брукфильд»

1. Включите прибор сетевым выключателем. Если вискозиметр был выключен на продолжительное время, например на ночь, необходимо дать ему прогреться в течение не менее получаса. Измерения следует проводить при той же температуре, при которой была проведена калибровка шпинделя.

2. Закрепите на оси шпиндель, наденьте на ось ловушку для растворителя. При низкотемпературных измерениях вязкости установка ловушки для растворителя не обязательна. Для измерений вязкости при высоких температурах необходимо установить ловушку для растворителя, на которой происходит конденсация жидкости и тем самым предотвращается высушивание жидкой пробы.

3. Нанесите на центр плиты нужное количество измеряемого образца.

4. Опустите рукоятку вискозиметра и ловушку для растворителя.

5. Нажатием клавиши SPINDLE войдите в режим калибровки.

6. Цифровыми кнопками введите номер шпинделя.

7. На вопрос CALIBRATE? выберите NO (только для откалиброванных шпинделей!) и подтвердите выбор нажатием клавиши ENTER.

8. Установите параметры измерения: продолжительность измерения, время задержки, температуру, скорость вращения шпинделя.

9. Для начала измерения нажмите клавишу RUN.

10. Прочтите результат измерения, появившийся на дисплее вискозиметра.

11. Поднимите рукоятку вискозиметра.

12. Очистите шпиндель.

13. Очистите плиту.

Работа с дифференциальным сканирующим калориметром DSC 204 F1 Phoenix

1. Взвесить тигель, тарировать весы.

2. Поместить образец в тигель: образец следует полностью погрузить в тигель так, чтобы части образца не выступали за края тигля.

3. Область контакта образца с дном тигля должна быть максимальной.

4. Взвесить образец в тигле на предварительно тарированных весах (см. п. 1). Записать массу образца. Рекомендованная масса образца 15 мг (допустимо 5...35 мг).

5. Проколоть крышку тигля. Накрыть тигель крышкой.

6. Поместить тигель с крышкой на плиту пресса для холодной сварки. Опустить рычаг пресса до упора.

7. Снять крышку измерительной ячейки и две внутренние крышки прибора DSC. Убедиться в том, что ячейка не загрязнена.

8. Поместить тигель с образцом точно в центр правого гнезда сенсора теплового потока. Пустой тигель поместить точно в центр левого гнезда сенсора теплового потока (если он не был предварительно установлен).

9. Поставить на место две внутренние и внешнюю крышки прибора DSC.
 10. Открыть необходимую температурную программу в папке NETZSCH-Proteus6-data, внести соответствующие изменения или создать новую.
 11. Ввести значение массы.
 12. Первым и последним сегментами программы должны быть изотермы комнатной температуры продолжительностью 15 минут.
 13. Начальная температура программы не должна отличаться от температуры в ячейке более чем на ± 5 °C.
 14. На всех сегментах выставить галочку «КТО» (контроль температуры образца).
 15. На всех сегментах, кроме двух последних (изотерма при $t_{\text{комн}}$ и аварийный сброс), выставить галочки «ВО» (воздушное охлаждение) и «ДО» (дополнительное охлаждение).
 16. На всех сегментах, кроме двух последних (изотерма при $t_{\text{комн}}$ и аварийный сброс), выставить значения потоков газа 50 мл/мин для «Газ 2» и 100 мл/мин для «Защитный». В двух последних сегментах выставить по 0 мл/мин.
 17. В последнем сегменте температура аварийного сброса должна быть на 10 °C выше максимальной температуры нагрева, указанной в программе.
 18. После каждого нагрева (перед охлаждением) в программе должна присутствовать изотерма продолжительностью минимум 5 минут.
 19. Запустить измерение кнопкой «Начать измерение» на верхней панели окна программного обеспечения прибора.
- Внести информацию об измерении в журнал прибора.

Лабораторная работа № 1

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЯЗКОСТИ ОЛИГОМЕРНЫХ СВЯЗУЮЩИХ. АНАЛИЗ СПОСОБОВ ЕЕ РЕГУЛИРОВАНИЯ

1.1. Технология приготовления связующего

Наименование технологической операции	Используемое оборудование	Режим
Подготовка исходного состава		

1.2. Исходный состав связующего _____ Название

Название компонента	Содержание компонента, мас. ч.	
	базовое	фактическое

1.3. Результаты измерений вязкости на вискозиметре марки САР 2000 фирмы «Брукфильд»

Номер используемого шпинделя: _____

Температура, °С	Число оборотов шпинделя, об/мин	Напряжение сдвига, Па	Скорость сдвига, с ⁻¹	Вязкость, Па·с
25	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			
	35			
30	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			
	35			
35	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			
	35			

Температура, °С	Число оборотов шпинделя, об/мин	Напряжение сдвига, Па	Скорость сдвига, с ⁻¹	Вязкость, Па·с
40	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			
	35			

1.4. Состав связующего, модифицированного активным растворителем

Название компонента	Содержание компонента, мас. ч.	
	базовое	фактическое

1.5. Технология приготовления модифицированного связующего

Наименование технологической операции	Используемое оборудование	Режим

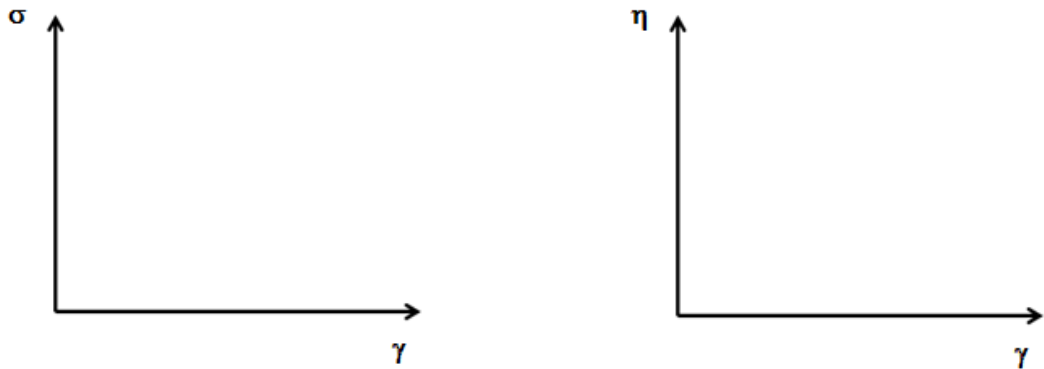
1.6. Результаты измерений вязкости на вискозиметре марки CAP 2000 фирмы «Брукфильд»

Номер используемого шпинделя: _____

Температура, °С	Число оборотов шпинделя, об/мин	Напряжение сдвига, Па	Скорость сдвига, с ⁻¹	Вязкость, Па·с
25	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			
	35			
30	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			
	35			

Температура, °С	Число оборотов шпинделя, об/мин	Напряжение сдвига, Па	Скорость сдвига, с ⁻¹	Вязкость, Па·с
35	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			
	35			
40	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			
	35			

1.7. Построение кривых вязкости и течения



1.8. Объяснение полученных результатов

1.9. Выводы

Работа выполнена

Дата и подпись преподавателя

Работа защищена

Дата и подпись преподавателя

Лабораторная работа № 2

ИЗГОТОВЛЕНИЕ МНОГОСЛОЙНОЙ ПАНЕЛИ ИЗ ПОЛИМЕРНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА МЕТОДОМ ВАКУУМНОЙ ИНФУЗИИ

2.1. Основные используемые материалы

Характеристика	Связующее	Ткань
Марка		
Режимы отверждения		—
Тип плетения	—	

2.2. Эскиз формируемой детали (с указанием размеров), количества слоев и схемы армирования

2.3. Вспомогательные материалы

Наименование	Характеристика
Сетка	
Вакуумный мешок	
Антиадгезионный состав	

2.4. Процесс формования детали из полимерного композиционного материала

Номер технологической операции	Наименование этапа	Время, мин
1		
2		
3		
4		
5		
6		

2.5. Используемое оборудование и оснастка

2.6. Объяснение полученных результатов

2.7. Выводы

Работа выполнена

Дата и подпись преподавателя

Работа защищена

Дата и подпись преподавателя

Лабораторная работа № 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТИ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ

3.1. Состав композиционного материала

Характеристика	Матрица	Наполнитель
Марка		
Фазовый состав, %		

3.2. Схема образцов (с указанием размеров)

3.3. Используемое оборудование и оснастка

3.4. Результаты механических испытаний

Номер образца	Деформация, %	Разрушающее напряжение, МПа	Модуль упругости, МПа

3.5. Построение зависимости деформации от напряжения

3.6. Объяснение полученных результатов

3.7. Выводы

Работа выполнена

Дата и подпись преподавателя

Работа защищена

Дата и подпись преподавателя

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие.....	3
Техника безопасности	5
Общие требования охраны труда в лабораториях НОЦ «Композиты России»	5
Требования охраны труда перед началом работы	5
Требования охраны труда во время работы	6
Требования охраны труда в аварийных ситуациях	6
Требования охраны труда по окончании работы.....	6
Инструкции по работе с оборудованием и приборами	7
Работа с вискозиметром марки САР 2000 фирмы «Брукфильд»	7
Работа с дифференциальным сканирующим калориметром DSC 204 F1 Phoenix	7
Лабораторная работа № 1. Исследование вязкости олигомерных связующих. Анализ способов ее регулирования	9
Лабораторная работа № 2. Изготовление многослойной панели из полимерного композиционного материала методом вакуумной инфузии	12
Лабораторная работа № 3. Определение прочности полимерных композиционных материалов при растяжении	14